

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 61-097277

(43)Date of publication of application : 15.05.1986

(51)Int.Cl.

C07D305/08

(21)Application number : 59-217959

(71)Applicant : DAIKIN IND LTD

(22)Date of filing : 16.10.1984

(72)Inventor : AISAKA YONOSUKE  
TAKAGI SHOJI

## (54) METHOD OF RECOVERING 2,2,3,3-TETRAFLUOROOXETANE

### (57)Abstract:

PURPOSE: To recover easily the titled compound useful as a raw material for high performance material, by blending a mixture of 2,2,3,3-tetrafluorooxetane and HF with conc. sulfuric acid at relatively low temperature, and separating the blend into two layers.

CONSTITUTION: A mixture of 2,2,3,3-tetrafluorooxetane and HF is blended with  $\geq 5$  times, preferably  $\geq 8$  times as much conc. sulfuric acid as HF by weight at  $\geq 40^\circ \text{C}$ , and the blend is separated into two layers of 2,2,3,3-tetrafluorooxetane (upper layer) containing no acid component and a HF sulfate adduct (lower layer) by liquid-liquid separation. An  $\text{N}_2$  gas is introduced into the blend, 2,2,3,3-tetrafluorooxetane is accompanied by  $\text{N}_2$  gas, and recovered, or 2,2,3,3-tetrafluorooxetane is separated and recovered by vacuum distillation. Or, HF is easily recovered from the acid adduct by a conventional means.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-97277

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)5月15日

C 07 D 305/08

6640-4C

審査請求 未請求 発明の数 1 (全2頁)

⑮ 発明の名称 2, 2, 3, 3-テトラフルオロオキセタンの回収方法

⑯ 特 願 昭59-217959

⑰ 出 願 昭59(1984)10月16日

⑱ 発 明 者 逢 坂 洋 之 助 茨木市白川1-16-5

⑲ 発 明 者 高 木 祥 二 豊中市旭丘11番2-213

⑳ 出 願 人 ダイキン工業株式会社 大阪市北区梅田1丁目12番39号 新阪急ビル

㉑ 代 理 人 弁理士 青 山 蓑 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

2, 2, 3, 3-テトラフルオロオキセタンの回収方法

2. 特許請求の範囲

(1) 2, 2, 3, 3-テトラフルオロオキセタンとフッ化水素の混合物を40℃以下で濃硫酸と混合し、混合物を二層に分離させ、次いで2, 2, 3, 3-テトラフルオロオキセタンを回収することを特徴とする2, 2, 3, 3-テトラフルオロオキセタンの回収方法。

(2) 回収を液-液分離により行なう特許請求の範囲第1項に記載の方法。

(3) 二層分離した混合物に窒素ガスを吹き込み、窒素ガスに2, 2, 3, 3-テトラフルオロオキセタンを同伴させて回収する特許請求の範囲第1項に記載の方法。

(4) 減圧蒸留により2, 2, 3, 3-テトラフルオロオキセタンを回収する特許請求の範囲第1項に記載の方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、2, 2, 3, 3-テトラフルオロオキセタンの回収方法に関し、更に詳しくは2, 2, 3, 3-テトラフルオロオキセタンとフッ化水素の混合物から2, 2, 3, 3-テトラフルオロオキセタンを回収する方法に存する。

2, 2, 3, 3-ペンタフルオロプロパノールはテトラフルオロエチレン、ホルムアルデヒドおよびフッ化水素を反応させることにより製造することができる。この反応では、過剰部分のフッ化水素が触媒として作用するので、フッ化水素は過剰に使用される。未反応のフッ化水素は、副生物である2, 2, 3, 3-テトラフルオロオキセタンを含んでいるが、これは高機能性材料の原料として有用であるので、回収精製することが望まれている。

ところが、フッ化水素の沸点は20℃であり、2, 2, 3, 3-テトラフルオロオキセタンの沸点は28℃であるから、両者を蒸留により分離することは非常に困難である。

本発明者らは、このような状況に鑑み、2, 2, 3, 3-

BEST AVAILABLE COPY

3-テトラフルオロオキセタンとフッ化水素の分離について鋭意研究を行なった結果、両者の混合物を濃硫酸と比較的低い温度で混合すると2,2,3,3-テトラフルオロオキセタンと酸成分が二層分離し、2,2,3,3-テトラフルオロオキセタンを容易に回収し得ることを見出し、本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明の要旨は、2,2,3,3-テトラフルオロオキセタンとフッ化水素の混合物を40℃以下で濃硫酸と混合し、混合物を二層に分離させ、次いで2,2,3,3-テトラフルオロオキセタンを回収することを特徴とする2,2,3,3-テトラフルオロオキセタンの回収方法に存する。

濃硫酸は、フッ化水素重量に対し、5倍以上、好ましくは8倍以上の量で用いられる。

濃硫酸を加えると、酸成分を殆ど含まない2,2,3,3-テトラフルオロオキセタン(上層)とフッ化水素・硫酸付加物(下層)の二層に分離する。両層は、通常の方法で液-液分離することにより、窒素ガスを吹き込み、2,2,3,3-テトラフルオ

ロオキセタンを窒素ガスに同伴させて回収することにより、あるいは減圧蒸留することにより分離することができる。

また、酸付加物からは、通常手段によってフッ化水素を容易に回収することができる。

次に、実施例を示し、本発明を具体的に説明する。

#### 実施例1

ステンレス製ニードルバルブ付1/2インチ径のポリトリフルオロエチレン製パイプに95重量%硫酸50gを入れ、ドライアイス/メタノールで冷却した。そこへフッ化水素6.4g/オキセタン10.3g混合物を少しずつ入れて密閉し、ゆっくり硫酸とフッ化水素/オキセタンを混合した。硫酸とフッ化水素による反応熱がなくなれば激しく10分間攪拌し、1時間静置後、液々分離した。

はじめに下層の硫酸層を液々分離した回収量は61.36gであり、残りのオキセタン層が5.34gであった。オキセタン層のフッ化水素濃度は1.5重量%で、回収率は51.1重量%であっ

た。

次いで、残りの硫酸層に溶解しているオキセタンを窒素ガスで追い出し、水にバブリングさせた後、ガラス製100mlの液液コールドトラップにより捕集した。

条件は窒素流量50ml/min、温度20℃、時間1時間で、オキセタンが1.2g捕集できた。水洗塔には0.13gのフッ化水素がトラップされた(オキセタン中のフッ化水素濃度9.8重量%)。

#### 実施例2

実施例1と同様の容器および同様の操作でフッ化水素/オキセタン混合物(フッ化水素3.61g/オキセタン1.97g)と硫酸20.0gを混ぜ、液々分離せずにはじめから窒素ガスによる追い出しを行なった。

条件は窒素50ml/min、温度0℃、時間1.5時間で1.96gのオキセタンが回収され、フッ化水素濃度は0.18重量%であった。

特許出願人 ダイキン工業株式会社

代理人 弁護士 青山 保 ほか2名

BEST AVAILABLE COPY